

**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –  
Bagian 9: Cara uji kadar hidrogen fluorida (HF)  
dengan metoda kompleks lanthanum alizarin  
menggunakan spektrofotometer**





## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Cara uji .....	2
4.1 Prinsip.....	2
4.2 Bahan .....	2
4.3 Peralatan .....	3
4.4 Pengambilan contoh uji .....	4
4.5 Persiapan pengujian .....	5
4.6 Pengujian contoh uji .....	5
4.7 Perhitungan .....	5
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	6
5.1 Jaminan mutu .....	6
5.2 Pengendalian mutu.....	6
Lampiran A Tabel tekanan uap air jenuh .....	8
Lampiran B Pelaporan .....	9
Bibliografi .....	10



## Prakata

*SNI Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak – Bagian 9: Cara uji kadar hidrogen fluorida (HF) dengan metoda kompleks lanthanum alizarin menggunakan spektrofotometer ini dirumuskan dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode serta telah dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Udara dari Panitia Teknis Sistem Manajemen Lingkungan (Panitia Teknis 207S).*

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 5 – 6 Agustus 2004 di Jakarta.





**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –  
Bagian 9: Cara uji kadar hidrogen fluorida (HF) dengan metoda kompleks  
lanthanum alizarin menggunakan spektrofotometer**

## **1 Ruang lingkup**

Standar ini digunakan untuk penentuan HF dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak menggunakan metoda kompleks lanthanum alizarin.

Lingkup pengujian meliputi:

- a. Cara pengambilan contoh uji gas HF menggunakan larutan penjerap.
- b. Cara perhitungan volum contoh uji gas yang dijerap.
- c. Cara penentuan gas HF dalam contoh uji emisi gas buang dengan menggunakan metoda kompleks lanthanum alizarin dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 620 nm dengan kisaran konsentrasi 0,24 ppm sampai 1222,5 ppm (0,2 mg/Nm<sup>3</sup> sampai 1000 mg/Nm<sup>3</sup>).

## **2 Acuan normatif**

JIS K 0105-1998, *Methods for determination of fluorine compounds in exhaust gas.*

## **3 Istilah dan definisi**

### **3.1 emisi**

zat, energi dan atau komponen lain yang dihasilkan dari suatu kegiatan yang masuk atau dimasukkannya ke udara ambien

### **3.2 mg/Nm<sup>3</sup>**

satuan ini dibaca sebagai milligram per normal meter kubik, notasi N menunjukkan satuan volum hisap udara kering dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mmHg)

### **3.3 larutan induk**

larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

### **3.4 larutan standar**

larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

### **3.5 kurva kalibrasi**

grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

### **3.6 larutan penjerap**

larutan yang dapat menyerap analat



**3.7**

**larutan pencuci**

larutan yang digunakan untuk menghilangkan gas-gas yang terperangkap di dalam pipa pengambil contoh uji

**3.8**

**blanko laboratorium**

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

**3.9**

**blanko lapangan**

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji

**3.10**

**pengendalian mutu**

kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metoda, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

**4 Cara uji**

**4.1 Prinsip**

Gas HF dari aliran emisi gas buang sumber tidak bergerak dialirkan ke dalam larutan penjerap dengan menggunakan pompa hisap. pH larutan diatur dengan penambahan larutan penyangga. Ion fluorida yang terbentuk bereaksi dengan larutan  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$  dan kompleks alizarin membentuk senyawa berwarna ungu dan diukur serapannya pada panjang gelombang 620 nm menggunakan spektrofotometer.

**4.2 Bahan**

**4.2.1 Larutan penjerap natrium hidroksida (NaOH) 0,1 N**

- Larutkan 4,0 g natrium hidroksida (NaOH) dalam gelas piala 1000 mL yang berisi kurang lebih 500 mL air suling yang diletakkan dalam wadah yang berisi air es;
- Larutan diencerkan hingga 1000 mL lalu homogenkan.

**4.2.2 Larutan pencuci NaOH 20% b/v**

- Larutkan 20 g NaOH dalam gelas piala 250 mL yang berisi kurang lebih 50 mL air suling yang diletakkan dalam wadah yang berisi air es;
- Larutan diencerkan hingga 100 mL dan dihomogenkan.

**4.2.3 Larutan alizarin (1,2 dihidroksiantraquinonil-3-metilamin-N, N diacetic acid) ( $\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{O}_8\text{N}$ )**

- Larutkan 0,192 g alizarin dengan 100 mL air suling dalam piala gelas;
- Tambahkan ke dalam larutan tersebut 2 mL larutan NaOH 2 N.
- Selanjutnya tambahkan HCl 0,1 N sampai larutan mencapai pH 4,5.
- Pindahkan larutan di atas ke dalam labu ukur 250 mL, dan tambahkan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.



#### 4.2.4 Larutan lanthanum nitrat ( $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ )

Larutkan 0,433 g  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan air suling ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan hingga tanda tera lalu homogenkan.

#### 4.2.5 Larutan penyangga

- Larutkan 200 g natrium asetat trihidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) dengan 200 mL air suling dalam piala gelas.
- Tambahkan 25 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  pekat.
- Larutan dihomogenkan dan diatur pHnya hingga mencapai 5,2 dengan menggunakan larutan  $\text{NaOH}$  0,1 N atau  $\text{CH}_3\text{COOH}$  0,1 N.
- Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.

#### 4.2.6 Larutan asam klorida ( $\text{HCl}$ ) 0,1 N

Pipet 2,1 mL  $\text{HCl}$  pekat masukkan ke dalam labu ukur 250 mL yang berisi kurang lebih 100 mL air suling, encerkan hingga tanda tera lalu homogenkan.

#### 4.2.7 Larutan induk fluorida ( $\text{F}^-$ ) 100 $\mu\text{g}$ mL

- Larutkan 0,221 g  $\text{NaF}$  ke dalam labu ukur 1000 mL dengan air suling, encerkan hingga tanda tera lalu homogenkan.
- Larutan disimpan dalam botol polietilen.

#### 4.2.8 Larutan standar fluorida ( $\text{F}^-$ )/mL

- Pipet 1 mL larutan induk fluorida 100  $\mu\text{g}$   $\text{F}^-$ /mL ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan;
- Larutan disimpan dalam botol polietilen.

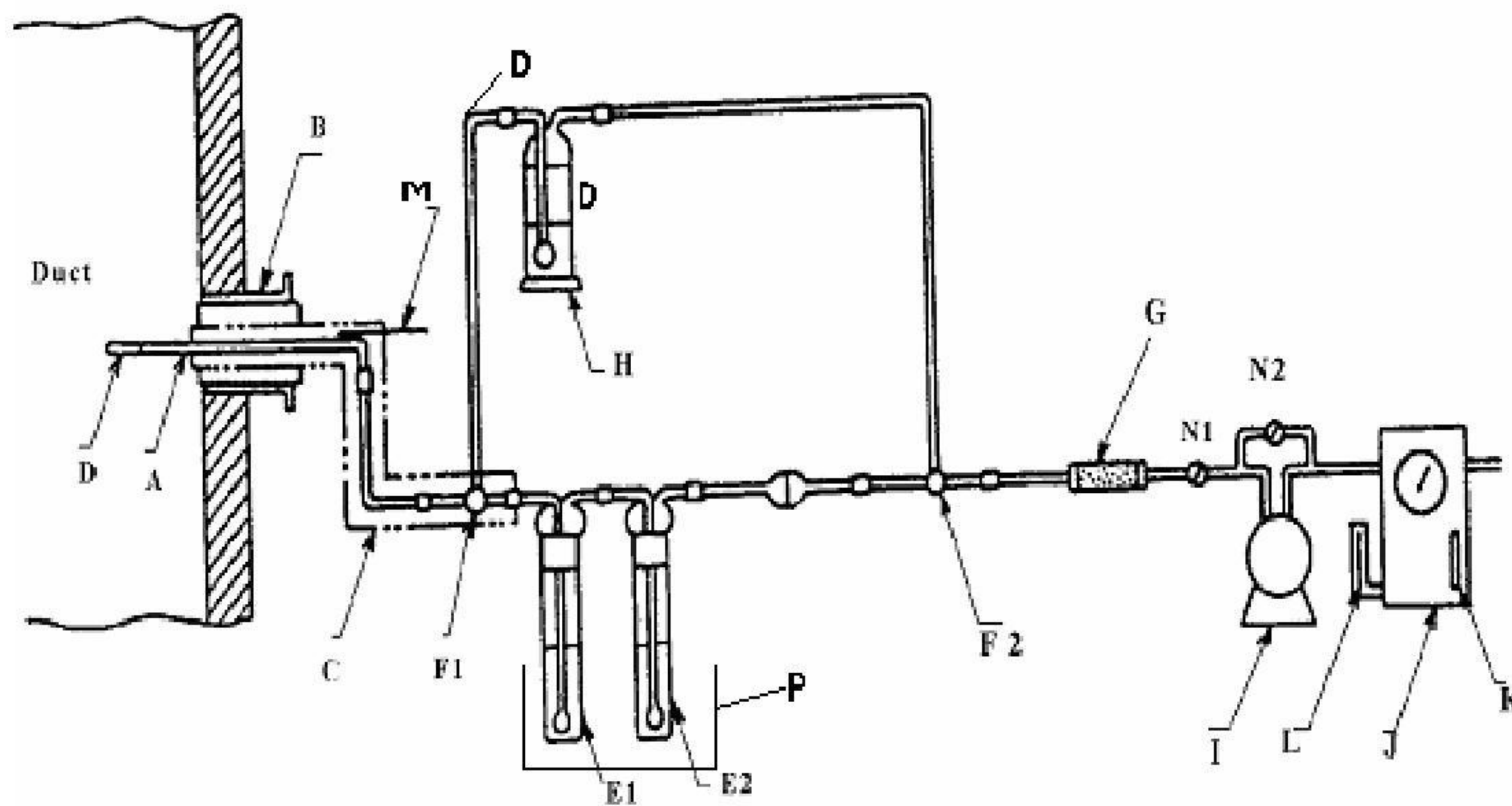
CATATAN Setiap 1 mL larutan mengandung 1  $\mu\text{g}$   $\text{F}^-$

#### 4.2.9 Aseton ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) p.a

### 4.3 Peralatan

- rangkaian peralatan pengambilan contoh uji HF seperti pada Gambar 1;
- labu ukur 50 mL, 100 mL, 250 mL, dan 1000 mL;
- pipet volumetrik 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL dan 15 mL;
- karet penghisap;
- gelas ukur 100 mL;
- gelas piala 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1000 mL;
- spektrofotometer dilengkapi kuvet;
- timbangan analitik dengan ketelitian 4 desimal;
- kaca arloji;
- desikator;
- oven; dan
- pH meter.





#### Keterangan gambar:

A	adalah pipa pengambil contoh uji;	J	adalah gas meter (1 L – 5 L per putaran);
B	adalah <i>flange</i> ;	K	adalah termometer;
C	adalah elemen pemanas;	L	adalah manometer;
D	adalah <i>glass wool</i> ;	M	adalah pengatur temperatur;
E1, E2	adalah botol penjerap 250 mL;	N1	adalah kran penutup;
F1, F2	adalah kran cabang tiga;	N2	adalah kran pengatur kecepatan alir;
G	adalah tabung pengering;	O	adalah pipa karet ( <i>flurorubber</i> );
H	adalah botol pencuci berisi NaOH 20%;	P	adalah wadah pendingin.
I	adalah pompa penghisap;		

**Gambar 1 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji HF**

#### 4.4 Pengambilan contoh uji

- Rangkai peralatan pengambilan contoh uji seperti pada Gambar 1.
- Masukkan 50 mL larutan penjerap pada langkah 4.2.1 ke dalam masing-masing botol penjerap dan masukkan pula 50 mL larutan pencuci pada langkah 4.2.2 ke dalam botol pencuci.
- Masukkan pipa pengambil contoh uji ke dalam cerobong dan panaskan pada suhu 120°C. Pertahankan suhu pipa selama pengambilan contoh uji.
- Arahkan aliran gas buang ke posisi pencucian hingga aliran akan melalui botol pencuci.
- Hidupkan pompa penghisap udara dan atur kecepatan alir antara 1 L/menit - 2 L/menit, matikan pompa setelah 5 menit.
- Arahkan aliran gas buang ke posisi pengambilan contoh uji hingga aliran akan melalui botol penjerap.
- Baca penunjukan awal volum pada gas meter,  $V_1$  (L).
- Hidupkan pompa dan lakukan pengambilan contoh uji sampai volum total sekitar 10 L dengan mengatur laju alir gas meter antara 1 L/menit - 2 L/menit.
- Catat temperatur dan tekanan gas buang pada saat pengambilan contoh dengan menggunakan termometer dan manometer pada gas meter.



- j) Matikan pompa, tutup aliran gas dan baca penunjukan akhir volum pada gas meter,  $V_2$  (L).

#### 4.5 Persiapan pengujian

##### 4.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat.
- Pipet 0 mL; 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL dan 15 mL larutan standar  $F^-$  1  $\mu\text{g/mL}$  ke dalam labu ukur 50 mL, lalu tambahkan air suling hingga volum akhir 20 mL.
- Tambahkan berturut-berturut ke dalam masing-masing labu ukur 5 mL larutan alizarin, 5 mL larutan penyangga dan 1 mL larutan lantanum nitrat.
- Tepatan isi labu ukur dengan aseton, lalu dihomogenkan.
- Diamkan larutan selama 1 jam, sampai terbentuk senyawa kompleks.
- Ukur serapan masing-masing larutan standar menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 620 nm.
- Buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah ion fluorida ( $\mu\text{g}$ ).

##### 4.5.2 Persiapan contoh uji

- Pindahkan larutan yang berisi contoh uji dari kedua botol penjerap ke dalam labu ukur 250 mL.
- Bilas botol penjerap dengan sedikit air suling dan air bilasan dimasukkan ke dalam labu ukur di atas. Isi labu ditepatkan dengan air suling sampai tanda tera lalu dihomogenkan.
- Masukkan 100 mL larutan penjerap (blanko lapangan) ke dalam labu ukur 250 mL, encerkan dengan air suling. Larutan ini digunakan sebagai blanko.

#### 4.6 Pengujian contoh uji

- Pipet 20 mL larutan contoh uji dari labu ukur 250 mL pada langkah 4.5.2 butir b) ke dalam labu ukur 50 mL.
- Pipet 20 mL larutan blanko pada langkah 4.5.2 butir c) dan masukkan ke dalam labu ukur 50 mL.
- Lakukan sesuai dengan langkah-langkah pada 4.5.1 butir c) sampai f).
- Baca serapan contoh uji kemudian hitung konsentrasi contoh uji dengan menggunakan kurva kalibrasi.

#### 4.7 Perhitungan

##### 4.7.1 Volum contoh uji udara yang diambil

Volum contoh uji gas yang diambil, dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mm Hg) dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$V_s = V \times \frac{298}{273 + t} \times \frac{(P_a + P_m - P_v)}{760}$$

dengan pengertian:

- $V_s$  adalah volum contoh uji gas yang diambil pada kondisi normal (L);  
 $V$  adalah volum dari pembacaan gas meter dengan menghitung  $V_2 - V_1$  (L);  
 $P_a$  adalah tekanan udara atmosfer, (mmHg);  
 $P_m$  adalah tekanan dibaca pada gas meter (mmHg);  
 $P_v$  adalah tekanan uap air jenuh pada temperatur  $t^\circ\text{C}$  (mmHg), lihat pada lampiran tabel;  
 $t$  adalah temperatur gas dibaca pada gas meter ( $^\circ\text{C}$ );



- 298 adalah konversi temperatur pada kondisi normal (25°C) ke dalam Kelvin;  
 273 adalah konversi temperatur pada kondisi normal (0°C) ke dalam Kelvin; dan  
 760 adalah tekanan udara standar (mmHg).

#### 4.7.2 Konsentrasi HF dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak

Konsentrasi HF dalam contoh uji dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$C = \frac{\frac{20}{19} \times (a - b) \times \frac{250}{20}}{V_s}$$

dengan pengertian:

- C adalah konsentrasi hidrogen fluorida (mg /Nm<sup>3</sup>);  
 A adalah jumlah ion fluorida yang didapat dari kurva kalibrasi (μg F<sup>-</sup>);  
 b adalah jumlah ion fluorida dalam larutan blanko (μg F<sup>-</sup>);  
 V<sub>s</sub> adalah volum contoh gas uji dikoreksi pada kondisi normal pada 25°C, 760 mmHg (L);  
 20 adalah berat molekul HF;  
 19 adalah berat atom F;  
 250 adalah volum contoh uji yang diencerkan dalam labu ukur 250 mL;  
 20 adalah volum contoh uji yang dipipet.

## 5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

### 5.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
- Gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
- Gunakan gas meter, termometer dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.
- Posisi pengukuran berada pada posisi yang mewakili yaitu pada aliran yang homogen dan terhindar dari kemungkinan pengembunan, jarak antara lubang pengambilan contoh uji dengan botol penjerap sedekat mungkin.
- Pipa pengambilan contoh uji sebaiknya terbuat dari bahan yang tahan terhadap gas korosif yang terdapat dalam aliran gas (contohnya gas H<sub>2</sub>S dan gas Cl<sub>2</sub>).
- Sumbat ujung pipa dengan filter *glass wool* untuk menghindari bercampurnya partikulat (debu) yang terdapat dalam aliran gas dengan contoh uji gas.

### 5.2 Pengendalian mutu

#### 5.2.1 Uji blanko

- Uji blanko laboratorium

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di laboratorium.

- Uji blanko lapangan

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di lapangan.



### 5.2.2 Linearitas kurva kalibrasi

Koefisien korelasi ( $r$ ) lebih besar atau sama dengan 0,998 (atau sesuai dengan kemampuan laboratorium yang bersangkutan) dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

CATATAN Jaminan mutu dan pengendalian mutu diberlakukan sesuai dengan kebijaksanaan laboratorium yang bersangkutan.





**Lampiran A**

(normatif)

**Tabel tekanan uap air jenuh****Tabel A.1 Tekanan uap air jenuh (mmHg)**

Suhu (°C)	Pv		$\rho$ Etanol	Suhu (°C)	Pv		$\rho$ etanol
	0	5			0	5	
0	4,6	4,8	0,809				
1	4,9	5,1	0,808	31	33,7	34,7	0,782
2	5,3	5,5	0,807	32	35,7	36,7	0,781
3	5,7	5,9	0,806	33	37,7	38,8	0,781
4	6,1	6,3	0,805	34	39,9	41,0	0,780
5	6,5	6,8	0,804	35	42,2	43,4	0,779
6	7,0	7,3	0,804	36	44,6	45,8	0,778
7	7,5	7,8	0,803	37	47,1	48,4	0,777
8	8,0	8,3	0,802	38	49,7	51,1	0,776
9	8,6	8,9	0,801	39	52,5	53,9	0,775
10	9,2	9,5	0,800	40	55,3	56,8	0,775
11	9,8	10,2	0,799	41	58,4	59,9	0,774
12	10,5	10,9	0,798	42	61,5	63,1	0,774
13	11,2	11,6	0,798	43	64,8	66,5	0,772
14	12,0	12,4	0,797	44	68,3	70,1	0,771
15	12,8	13,2	0,796	45	71,9	73,7	0,770
16	13,6	14,1	0,795	46	75,7	77,6	0,770
17	14,5	15,0	0,794	47	79,6	81,6	0,769
18	15,5	16,0	0,793	48	83,7	85,8	0,768
19	16,5	17,0	0,792	49	88,0	90,2	0,767
20	17,5	18,1	0,792	50	92,5	94,8	0,766
21	18,7	19,2	0,791	51	97,2	99,6	0,765
22	19,8	20,4	0,790	52	102,1	104,6	0,764
23	21,1	21,7	0,789	53	107,2	109,8	0,764
24	22,4	23,1	0,788	54	112,5	115,2	0,763
25	23,8	24,5	0,787	55	118,0	120,9	0,762
26	25,2	26,0	0,787	56	123,8	126,7	0,761
27	26,7	27,5	0,786	57	120,8	132,9	0,76
28	28,4	29,2	0,785	58	136,0	139,2	0,759
29	30,1	30,9	0,784	59	142,5	145,9	0,758
30	31,8	32,8	0,783	60	149,3	152,8	0,758

Sumber : *Steam Table from Perry's Chemical Engineering Handbook*. 1986.

CATATAN Tabel ini digunakan untuk mencari nilai Pv.



**Lampiran B**  
(normatif)  
**Pelaporan**

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analisis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Batas deteksi.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Data pengambilan contoh uji.
- 7) Data proses.
- 8) Hasil pengukuran blanko.
- 9) Hasil pengukuran contoh uji.
- 10) Kadar HF dalam contoh uji.





## Bibliografi

Kep-205/BAPEDAL/07/1996 tentang Pedoman Teknis Pengendalian Pencemaran Udara Sumber Tidak Bergerak. BAPEDAL.

Perry, 1986, *Chemical Engineering Handbook*, Mc. Grow Hill, USA.

Modifikasi ISO Standard Compendium Environment Air Quality, First Edition, 1994.











**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)